

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(Reference 5)

(11)Publication number : 06-049626

(43)Date of publication of application : 22.02.1994

(51)Int.Cl.

G23C 14/22

(21)Application number : 04-101095

(71)Applicant : ULVAC JAPAN LTD

(22)Date of filing : 21.04.1992

(72)Inventor : NAKAMURA KYUZO  
TANI NORIAKI  
SUZUKI IKUO  
HASHIMOTO YUKINORI  
ITO KAZUYUKI  
HAKU CHIYUURETSU  
ISHIKAWA MICHIO  
YONEZAKI TAKESHI

## (54) PARTS FOR FILM FORMING DEVICE AND REPRODUCTION METHOD THEREFOR

## (57)Abstract:

PURPOSE: To form films which are hardly peelable even if the many films stick to parts by forming soft films consisting of materials having the hardness lower than the hardness of the constituting materials of the parts on the surfaces of these parts near a place where film formation is executed.

CONSTITUTION: The soft films consisting of materials having the hardness lower than the hardness of the constituting materials of the parts to be used near the place where the film formation is executed of a device for forming films in a gaseous atmosphere are formed on the surfaces of these parts. For example, Ni is continuously plated at about 0.1 $\mu$  and Cu at about 50  $\mu$  on a deposition preventive plate made of a stainless steel arranged between the cathode and substrate of a high-frequency magnetron sputtering device. As a result, the adhesion of the stuck films is improved. The adhesiveness is further increased by forming ruggedness on the surface of the Cu by a glass bead blasting or subjecting the surface to a vacuum heat treatment after forming the ruggedness.

(Cited Reference 5)

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-49626

(43)公開日 平成6年(1994)2月22日

(51)Int.Cl.<sup>5</sup>

C 2 3 C 14/22

識別記号

庁内整理番号

9271-4K

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数 4(全 4 頁)

(21)出願番号 特願平4-101095

(22)出願日 平成4年(1992)4月21日

(71)出願人 000231464

日本真空技術株式会社

神奈川県茅ヶ崎市萩園2500番地

(72)発明者 中村 久三

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技

術株式会社千葉超材料研究所内

(72)発明者 谷 典明

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技

術株式会社千葉超材料研究所内

(72)発明者 鈴木 郁生

千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技

術株式会社千葉超材料研究所内

(74)代理人 弁理士 八木田 茂 (外4名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 成膜装置用部品およびその再生方法

(57)【要約】

【構成】 真空蒸着法、スパッタリング法、減圧または常圧での物理蒸着法、プラズマ化学蒸着法、化学蒸着法などの気体雰囲気成膜を実施する装置においてその成膜を行なう場所の付近に用いられる部品の表面に、この部品の構成材料より硬度の低いCu, Al, Sn, Inなどの材料からなる軟質膜が形成される。また、軟質膜を形成したのちに、その表面に凹凸が形成され、または部品が真空熱処理される。さらに、成膜の際に部品に付着した膜が、軟質膜の化学的エッチングによって、軟質膜と共に除去される。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 気体雰囲気成膜装置においてその成膜を行なう場所の付近に用いられる部品の表面に、この部品の構成材料より硬度の低い材料からなる軟質膜と称せられる膜を形成した、成膜装置用部品。

【請求項2】 軟質膜を形成したのちに真空熱処理を行なう、請求項1に記載の成膜装置用部品。

【請求項3】 軟質膜を形成したのちに表面に凹凸を形成した、請求項1または2に記載の成膜装置用部品。

【請求項4】 気体雰囲気成膜装置において成膜を行なった際に請求項1から3のいずれか1項に記載の成膜装置用部品に付着した膜を、軟質膜の化学的エッチングによって軟質膜と共に除去したのちに、前記部品の表面に再び軟質膜を形成する、成膜装置用部品の再生方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、真空蒸着法、スパッタリング法、減圧また常圧での物理蒸着法、プラズマ化学蒸着法、化学蒸着法などの気体雰囲気成膜を実施する気体雰囲気成膜装置においてその成膜を行なう場所の付近に用いられる成膜装置用部品と、その再生方法とに関する。

## 【0002】

【従来の技術】気体雰囲気成膜においては、成膜過程において、基板以外にも、その成膜を行なう場所の付近に用いられる部品に膜が形成され、気体雰囲気成膜装置の使用時間が長くなると、その膜が剥離して、気体雰囲気生成装置の内部での塵埃の発生の源となる。従って、定期的に気体雰囲気成膜作業を中止して前記部品に付着した膜を除去する作業が行なわれる。それで、装置の停止を少なくするために、多量の膜が付着しても部品から膜が剥離しにくいようにする対策が求められる。また、部品に付着した膜を除去して部品を再生する場合には、その作業が容易であることも求められる。

【0003】これに関して、膜の剥離を防止する対策としては、次の(イ)および(ロ)の対策が知られている。

【0004】(イ) GBB (ガラスビーズブラスト) 或いは化学的エッチングなどによって、部品の表面に凹凹を形成して、部品への膜の密着性を向上させる。

【0005】(ロ) Cu または Al の厚さ 25~100 μm の箔を部品の表面に貼布する。この箔は、硬度が小さく厚さも薄いので、膜が形成された際に発生する応力が緩和され、部品への膜の密着性が向上する。

【0006】また、付着した膜を除去する手段としては、次の(ハ)、(ニ)および(ホ)の手段が知られている。

【0007】(ハ) GBB、液体ホーニング、グラインダーなどによって、膜を機械的に除去する。

【0008】(ニ) 酸洗いなどによって、膜を化学的に

エッチングして除去する。

【0009】(ホ) 前記(ロ)の場合に、箔の表面に付着した膜を箔と共に廃棄する。

## 【0010】

【発明が解決しようとする課題】上述した(イ)から(ホ)の対策および手段には、次のような欠点が存する。(イ)の対策では、或る程度の効果は得られるが、それは十分でない。

【0011】(ロ)の対策では、十分な効果は得られるが、部品のすべての表面に箔を貼布することはできない。また、複雑な形状の部品に箔を貼布するのには、その作業性が極めて悪い。

【0012】(ハ)の手段は、一般に作業性が悪い。また、密着性が良好で硬質の膜の場合には、(ハ)の手段によっては、膜の除去が極めて困難である。しかも(ハ)の手段では、部品の形状に損傷が与えられる。

【0013】(ニ)の手段は、化学的に安定な膜には適用できない。また(ニ)の手段でも、部品の形状に損傷が与えられる。

【0014】(ホ)の手段は、作業が極めて容易であるけれども、箔を貼布できなかった部分については、(ハ)または(ニ)の手段を併用する必要がある。

## 【0015】

【課題を解決するための手段】上述した各種の欠点を除去するため、この発明によれば、第1に、気体雰囲気成膜装置においてその成膜を行なう場所の付近に用いられる部品の表面に、この部品の構成材料より硬度の低いCu、Al、Sn、Inなどの材料からなる軟質膜と称せられる膜を形成した、成膜装置用部品が提供される。

【0016】また、上記の第1に提供された成膜装置用部品において、軟質膜を形成したのちに真空熱処理を行なったものが、第2に提供され、軟質膜を形成したのちに表面に凹凸を形成したものが、第3に提供される。

【0017】さらに、上記の第1、第2、第3に提供した成膜用部品に付着した膜を、軟質膜の化学的エッチングによって軟質膜と共に除去したのちに、前記部品の表面に再び軟質膜を形成する、成膜装置用部品の再生方法が、第4に提供される。

## 【0018】

【作用】以上で提供したものによれば、成膜装置用部品と付着膜(成膜作業の際にこの部品の表面に付着形成された膜)との界面における応力が緩和され、これによって部品への付着膜の密着性が向上し、付着膜の剥離による成膜装置内での塵埃またはフレークの発生が防止できる。また、付着膜を除去するための成膜装置の運転停止の回数が減少するので、成膜装置の稼働率が上昇する。

【0019】さらに、この発明で提供される成膜装置用部品での軟質膜形成は、複雑な形状の部品表面に対しても、容易に実施できる。

【0020】また、成膜装置用部品の再生方法は、化学

的に安定で機械的に強固な付着膜の場合にも、容易に達成でき、さらに、再生の際に部品に損傷を与える程度が小さい。

#### 【0021】

【実施例】以下、この発明の実施例について説明する。

#### 【0022】第1例

高周波マグネトロンスパッタリング装置の陰極と基板の中間に配置される防着板に、この発明を適用した。不銹鋼製の防着板に、Niを $0.1\mu\text{m}$ およびCuを $50\mu\text{m}$ 連続的にメッキした後に、(イ)そのまま、(ロ)

G B B処理によってCuの表面に凹凸を形成して、(ハ)上記(ロ)のものを $600^{\circ}\text{C}$ 30分の真空熱処理を施して、(イ)、(ロ)、(ハ)によるこの発明に従う3種類の防着板を作製した。また比較のために、不銹鋼の板にG B B処理を行なった従来の防着板も用意した

(ニ)。これら防着板を使用して、前記装置によってCr膜の成膜を実施した。防着板上での平均析出速度は、 $5000\text{A}/\text{分}$ であった。成膜実験としては、30秒間成膜し、30秒間停止し、また30秒間成膜するという間欠成膜を行なった。これを長時間繰返して、防着板からの付着膜の剥離が発生する限界時間を比較した。その付着膜の剥離は、覗き窓からの観察によって確認した。その結果として、剥離が生じるまでの時間(およびそのときのCr膜の厚さ)は、(イ)で5.5時間( $82.5\mu\text{m}$ )、(ロ)で8時間( $120\mu\text{m}$ )、(ハ)で15時間( $225\mu\text{m}$ )、比較のための従来のもの(ニ)で0.5時間( $7.5\mu\text{m}$ )であった。この結果から、この発明による成膜装置用部品は、付着膜の密着性が極めて良いことがわかった。さらに、表面に凹凸を形成することによって、或いは真空熱処理(特に真空焼鈍)を加えることによって、付着膜の密着性がさらに向上した。

【0023】次に、(イ)、(ロ)、(ハ)、(ニ)の防着板を希塩酸の中に浸漬させたところ、この発明による(イ)、(ロ)、(ハ)の防着板では、Cu層が溶出することにより、Cr膜は容易に除去され、その際に不銹鋼の板のエッチングは起らなかった。また従来の

(ニ)の防着板では、Cr膜は除去できなかった。

#### 【0024】第2例

第1例と同様の装置を使用し、防着板として、この発明に従ってSnを $40\mu\text{m}$ 厚でメッキしたもの(イ)を採用し、この装置に $\text{SiO}_2$ ターゲットを設置してスパッタリングを行なった。防着板上での平均析出速度は、 $500\text{A}/\text{分}$ であった。実験では、30秒間成膜( $250\text{A}$ )して、30秒間停止し、また30秒間成膜するという間欠成膜が行なわれ、剥離が発生する時間が求められた。さらに、比較のために不銹鋼の防着板だけの従来のもの(ロ)について、同様の実験が実施された。その結果、この発明による(イ)の防着板では、30.5時間( $45.8\mu\text{m}$ )で剥離が認められ、従来の(ロ)で

は、4時間( $6\mu\text{m}$ )で剥離が認められた。

【0025】さらに、(イ)および(ロ)の防着板を希塩酸の中に浸漬させると、(イ)の防着板では、 $\text{SiO}_2$ が除去できたが、(ロ)の防着板では、 $\text{SiO}_2$ は除去できなかった。

#### 【0026】第3例

プラズマ化学蒸着装置について実験を行なった。この発明により、(イ)この装置の陰極表面板に、プラズマ溶射法でAlの $25\mu\text{m}$ を軟質膜として付着させ、比較のため(ロ)従来の軟質膜を付着させない不銹鋼の陰極表面板も用意した。これら(イ)および(ロ)の陰極表面板を使用して、 $\text{H}_2$ 70%希釈 $\text{SiH}_4$ ガスを採用してプラズマ化学蒸着を実施し、a-Siの成膜を行なった。この際の陰極表面板上でのa-Si膜の平均析出速度は、 $250\text{A}/\text{分}$ であった。第1例と同様の30秒間欠成膜を実施し、a-Si膜の剥離までの時間を求めた。その結果は、(イ)で55時間( $41.3\mu\text{m}$ )、(ロ)で5時間( $3.8\mu\text{m}$ )であった。

【0027】これらの膜の付着した陰極表面板を希塩酸の中に浸漬させたところ、(イ)では、a-Siが除去できたが、(ロ)では、a-Siが除去できなかった。

#### 【0028】付記

軟質膜の形成には、上述したメッキやプラズマ溶射以外に、蒸着または化学蒸着などでも、同様の効果が得られた。また、軟質膜の表面の酸化を防止するため、その上に例えばNiの極めて薄い層を形成しても、同様の効果が得られた。

#### 【0029】

【発明の効果】一般に、成膜装置の使用の際に付着した膜の密着性は、主として、表面の清浄度、部品の材料と膜との間の熱膨張差および成膜過程で発生する応力、並びに表面の凹凸の度合い、の3点によって影響を受ける。これらのうち、この発明による軟質膜は、部品の表面と付着膜との境界面に発生する応力を軟質膜の変形によって緩和させることによって、密着性を改善することを、意図する。従って、軟質膜の膜厚は、大きい方が効果がある。

【0030】また、この発明は、部品のすべての面に適用できるので、箔を部品の表面に貼布する従来の方法と比べて、部品を完全に覆うことができる。

【0031】この発明によれば、TiN、SiN、 $\text{SiO}_2$ 、Cr、a-Si、CrNなどの酸ではエッチングが困難でかつ硬質であるから機械的除去も容易でない膜についても、軟質膜だけをエッチングできる酸洗いなどの化学的処理で容易に除去できる。部品材料と一般に用いられる不銹鋼、鉄系材料、Tiなどが採用されている場合には、軟質膜としてCu或いはAlを材料とすると、軟質膜だけを除去する化学的処理は、容易に達成できる。

【0032】部品の表面に軟質膜を形成するには、メッ

キ、蒸着、スパッタリング、物理蒸着、化学蒸着などが用いられるが、これらの方法によって形成された軟質膜では、形成過程で軟質膜の中に水分またはガス成分などの不純物を巻き込んでいる場合もある。よって、応力を除去し不純物を取り除くために、真空熱処理を実施すると、軟質膜の効果が増大する、また、軟質膜を形成した\*

\* のちにその表面に凹凸を形成すれば、その効果が増大する。また、この凹凸を形成する際に、例えばG B Bを採用した場合のように、軟質膜の中に応力が形成されてしまうときには、上記の真空熱処理を実施する必要がある。

---

フロントページの続き

(72)発明者 橋本 征典  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技  
術株式会社千葉超材料研究所内  
(72)発明者 伊東 一幸  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技  
術株式会社千葉超材料研究所内

(72)発明者 白 忠烈  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技  
術株式会社千葉超材料研究所内  
(72)発明者 石川 道夫  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技  
術株式会社千葉超材料研究所内  
(72)発明者 米崎 武  
千葉県山武郡山武町横田523 日本真空技  
術株式会社千葉超材料研究所内